

**Janne Rusanen**

**ATOMIABSORPTIOSPEKTROMETRIN  
KÄYTTÖKUNNON SELVITYS**

**Opinnäytetyö  
CENTRIA AMMATTIKORKEAKOULU  
Kemiantekniikan koulutusohjelma  
Joulukuu 2012**

**TIIVISTELMÄ**  
**ABSTRACT**  
**SISÄLLYS**

<b>1 JOHDANTO</b>	<b>1</b>
<b>2 SPEKTROMETRISET MITTAUSMENETELMÄT</b>	<b>3</b>
2.1 Historiaa	4
2.2 Yleistä	5
<b>3 ATOMIABSORPTIOSPEKTROMETRI</b>	<b>6</b>
3.1 Toimintaperiaate	6
3.1.1 AAS-liekkitekniikka	7
3.1.2 Liekitön AAS-tekniikka	8
3.1.3 AAS-kylmähöyrytekniikka	9
3.2 Valonlähteet	11
3.2.1 Onttokatodilamput	12
3.2.2 EDL- lamput	13
<b>4 KESKI-POHJANMAAN AAS:N KÄYTTÖKUNTO</b>	<b>14</b>
4.1 Työskentelytilan valmistelu	14
4.2 Laitteen koekäyttö	15
4.3 AMK:n laitteen koekäyttö	18
<b>5 TYÖN SUORITUS</b>	<b>21</b>
5.1 Standardiliuosten valmistus	21
5.1.1 Näytteiden esikäsittely	21
5.1.2 Laitteen toiminta	22
5.1.3 AMK:n uuden laitteen toiminta	24
5.2 Toinen testi Aikuisopistolla	26
5.2.1 Käyttöohjeen laadinta ja käytön opastus	27
5.2.2 Koeajot uudella lampulla	28
5.2.3 Uusi testi AMK:n laitteella	28
<b>6 TYÖN TULOKSET</b>	<b>30</b>
<b>7 LOPPUPÄÄTELMÄT</b>	<b>32</b>
<b>LÄHTEET</b>	<b>34</b>

## TIIVISTELMÄ OPINNÄYTETYÖSTÄ

<b>Yksikkö</b> Tekniikka ja liiketalous, Kokkola	<b>Aika</b> joulukuu 2012	<b>Tekijä/tekijät</b> Janne Rusanen
<b>Koulutusohjelma</b> Kemiantekniikan koulutusohjelma		
<b>Työn nimi</b> Atomiabsorptiospektrometrin käyttökunnon selvitys		
<b>Työn ohjaaja</b> Laura Rahikka		<b>Sivumäärä</b> 34
<b>Työelämäohjaaja</b> Eero Toivonen		
<p>Tämän opinnäytetyön tavoitteena oli tutkia Keski-Pohjanmaan Aikuisopiston käytetyn atomiabsorptiospektrometrin käyttökunto. Laite oli ollut käyttämättömänä noin viiden vuoden ajan. Talvella 2012 tuli Aikuisopiston puolelta työn ohjaajalleni ehdotus, että joku kemiantekniikan opiskelija voisi tutkia opinnäytetyössään laitteen käyttökuntoa. Otin yhteyttä työn ohjaajaani, ja siitä opinnäytetyöprojekti sai alkunsa. Työn ensimmäinen vaihe oli uuden työskentelytilan valmistelu. Laite vaatii toimiakseen palavan kaasuseoksen, jonka asetyleni ja paineilma muodostavat. Tilassa oli valmiina tarvittavat kaasulinjat. Seuraavaksi tilaan täytyi hankkia tietokone laitteen ohjausta varten.</p> <p>Kävi kuitenkin ilmi, että laitteen ohjaus tietokoneen avulla osoittautui hyvin vaikeaksi ja haastavaksi. Tietokoneeseen asennettiin MS-DOS-käyttöjärjestelmä ja tähän järjestelmään ei löydetty oikeanlaista ajuria, jotta laitetta olisi ollut mahdollisuus ohjata. Otin yhteyttä laitteen maahantuojaan, ja sieltä sanottiin, että noin vanhan laitteen käyttökuntoon saaminen olisi melkein mahdotonta. Seuraavaksi otin yhteyttä ammattikorkeakouluun ja sitä kautta aikuisopistolle otettiin lainaan ammattikorkeakoulun vanha atomiabsorptiospektrometri. Tässä mallissa oli sisäinen ohjausyksikkö, joten laite ei vaatinut rinnalleen erillistä tietokonetta.</p> <p>Laite saatiin käyttökuntoon ja siihen ostettiin myös uusi lamppu. Lamppujen käyttöikä on muutamia vuosia, ja tähän laitteeseen uuden lampun hankinta oli välttämätöntä. Testasin laitetta kuparisulfaattiliuoksilla ja vertasin tuloksia ammattikorkeakoulun uuden laitteen antamiin tuloksiin.</p>		

### Asiasanat

absorptio, atomiabsorptiospektrometri, standardiliuos, säteilylähde

## ABSTRACT

<b>UNIT</b> Technology and Business, Kokkola	<b>Date</b> December 2012	<b>Author</b> Janne Rusanen
<b>Degree programme</b> Chemical Engineering		
<b>Name of thesis</b> The condition report of the atomic absorption spectrometer		
<b>Instructor</b> Laura Rahikka		<b>Pages</b> 34
<b>Supervisor</b> Eero Toivonen		
<p>The aim of this thesis was to explore the condition of atomic absorption spectrometer. The owner of the device is Central Ostrobothnia Adult Education Institute and the device has been unused for five years. During winter 2012 the Central Ostrobothnia Adult Education Institute approached my instructor and proposed that a student of chemical engineering could investigate the condition of the device in their final thesis. I contacted my instructor and the final thesis project was begun. The first step of this thesis was to prepare the new working room. The device needs a burning mixture of air and acetylene in order to operate. The gas lines necessary for the device already existed in the working room. Next step was to get a computer for the controlling of the device.</p> <p>It was found out that the controlling of the device with the computer was very difficult and challenging. The MS-DOS operating system was installed to the computer, but the right driver for this old operating system could not be found. Next, the importer of the device was contacted and they informed that it would be almost impossible to get such an old device working again. The University of Applied Sciences was contacted and they agreed to borrow their old atomic absorption spectrometer. This model has an internal guidance unit, which means that the device does not need a separate computer in order to operate.</p> <p>The device was fixed and a new lamp was bought for the spectrometer. The working life of these lamps is only a few years so it was necessary to get a new lamp. I tested the device with copper sulphate solutions and compared the results with the results from the new atomic absorption spectrometer owned by the University of Applied Sciences.</p>		
<b>Key words</b> absorption, atomic absorption spectrometer, radiation source, standard solution		

## 1 JOHDANTO

Tämän opinnäytetyön tarkoituksena oli tutkia ja selvittää Keski-Pohjanmaan Aikuisopiston vanhan atomiabsorptiospektrometrin käyttökunto. Aikuisopiston laboratoriossa ei ollut aikaisemmin lainkaan toimivaa atomiabsorptiospektrometriä. Laite oli ollut muutamia vuosia täysin käyttämättömänä. Laitteen tultua käyttökuntoon sitä käytettäisiin mm. kuparipitoisuuksien määrittämiseen. Työn tavoitteena oli saada laite käyttökuntoon pienillä korjauksilla. Toinen vaihtoehto oli uuden laitteen hankinta.

Aikuisopiston laboratoriossa oli tyhjillään yksi huone, johon laite oli tarkoitus sijoittaa. Tilassa oli valmiina kaasulinjat, sillä laite vaatii polttoaineekseen asetyleenin ja ilman seoksen. Huoneessa täytyi olla myös riittävä ilmanvaihto, koska laitteen toimiessa siitä syntyy haitallisia kaasuja. Tilassa oli valmiina iso ilmastointiputki. Tästä putkesta täytyi vetää oma haara laitteen yläpuolelle. Laitteen yläpuolelle asennettiin myös huuva sekä säätöventtiili, jolla voitiin säätää poistettavan ilman määrää.

Aikuisopiston vanhassa atomiabsorptiospektrometrissä ei ollut lainkaan sisäistä ohjausyksikköä, jolla laitetta olisi ollut mahdollisuus ohjata. Sen vuoksi tilaan hankittiin myös tietokone ja pöytä. Laite täytyi yhdistää tietokoneeseen vanhan mallisella kaapelilla, joka osoittautui ongelmalliseksi. Ensiksi tietokoneen emolevyyn täytyi asentaa ohjainkortti, jonka toiseen päähän kaapelissa oleva pää oli sopiva. Tämän jälkeen kortille täytyi löytää oikeanlainen ajuri, jotta laitetta olisi ollut mahdollisuus ohjata.

Oikeanlaista ja toimivaa ajuria ei kuitenkaan monista yrityksistä huolimatta löytynyt. Seuraavaksi kyselin ammattikorkeakoululta neuvoja. Siellä kävi ilmi, että koulun varastossa on vanha ja toimiva atomiabsorptiospektrometri, jolla ei ollut minkäänlaista käyttöä. Ammattikorkeakoululle oli hankittu muutama vuosi sitten uusi laite, joten vanha laite oli jäänyt pois käytöstä. Laite oli ollut käytöstä poistettaessa toimintakuntoinen. Kysyin laboratorios-  
ta vastaavalta opettajalta vanhasta laitteesta ja sain luvan siirtää sen aikuisopiston puolelle testausta ja koekäyttöä varten.

Laitteessa oli sisäinen ohjausyksikkö, joten tietokonetta ei tarvittu laitteen ohjaukseen. Kytkin kaasuletkut paikoilleen ja rupesin testaamaan laitetta. Vertasin saatuja tuloksia

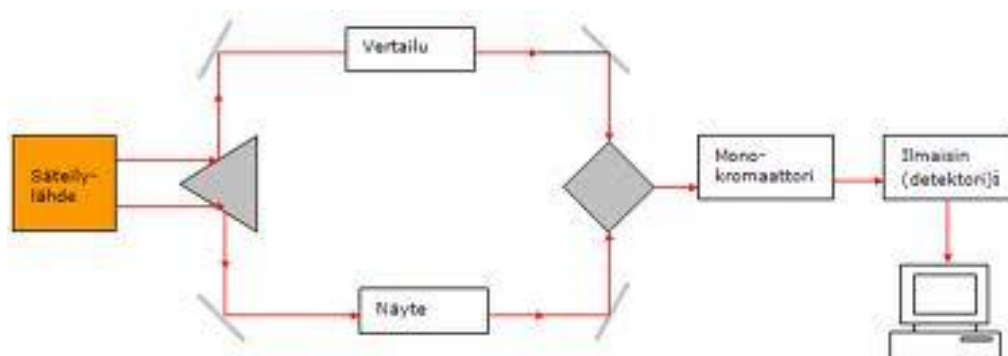
ammattikorkeakoulun laitteen tuloksiin. Tuloksissa oli jonkin verran eroavaisuuksia. Laitteeseen hankittiin uusi lamppu ja siihen sopiva adapteri. Uudella lampullakin tulokset olivat hieman erilaisia kuin ammattikorkeakoulun laitteella. Lopuksi opastin laitteen käyttöä kolmelle aikuisopiston opettajalle.

## 2 SPEKTROMETRISET MITTAUSMENETELMÄT

Spektrometrisiä mittaussuomenetelmiä on olemassa useita. UV- ja näkyvän valon alueen spektrometriassa mitataan näytteeseen tulleen ja siitä läpi menneen säteilyn voimakkuuden suhdetta. Tätä suhdetta kutsutaan transmissioksi. Absorbanssiksi kutsutaan transmission käänteisluvun suhdetta. Absorbanssi on lineaarisesti riippuvainen näytteen pitoisuudesta. UV-VIS-spektrofotometriaa käytetään epäorgaanisten näytteiden määrittäksessä. Tavallissimmin menetelmää käytetään metalli-ionien määrälliseen tutkimukseen. Tyypillinen esimerkki tästä on raudan määrittäys. (Lehtonen & Sihvonen, 2004, 216.)

Infrapunaspektrometria on analyysimenetelmä, jossa sähkömagneettinen säteily ulottuu näkyvän valon ja mikroaaltoalueen väliin. Infrapunasäteilyn aallonpituus on pienempi kuin näkyvällä valolla, ja myös infrapunasäteilyn taajuus on pienempi kuin näkyvän valon alueella. Taajuudella tarkoitetaan tässä värähdysten lukumäärää sekunnissa. Menetelmässä aineen lämpötila kasvaa, koska IR-säteily saa yhdisteen värähtelemään voimakkaasti. Infrapunaspektrometriaa käytetään orgaanisten yhdisteiden tunnistamisen lisäksi myös tuntemattomien yhdisteiden rakennetutkimuksiin. Jokaisella orgaanisella yhdisteellä on tyypillinen infrapunaspektri. Tämän perusteella yhdiste on mahdollista tunnistaa. (Lehtonen & Sihvonen, 2004, 219–220.)

Yleensä IR-laitteistot perustuvat valon dispersioon, joka tarkoittaa valon hajoamista. Laitteen valonlähteen säteily johdetaan näytteen läpi, jonka jälkeen säteily menee monokromaattorille. Monokromaattori päästää säteilyn aallonpituuksista läpi vain halutut aallonpituuudet. Monokromaattorin jälkeen säteily menee termiselle ilmaisimelle. Tämän jälkeen tietokone käsittelee saadut tulokset. Kuviossa 1 on esitetty dispersiivisen IR-laitteiston pääkomponentit. (Lehtonen & Sihvonen, 2004, 220.)



KUVIO 1. Dispersiivisen IR-laitteiston pääkomponentit (Lehtonen & Sihvonen, 2004, 220.)

## 2.1 Historiaa

Spektroskopian historiaan kuuluu hyvin oleellisesti auringonvalon tarkkailu. Sateenkaaren muodostuminen taivaalle on mainittu monissa eri kirjoissa jo reilut kaksisataa vuotta sitten. Sateenkaari lienee täten ensimmäinen spektri, joka on mainittu kirjallisuudessa. 1800-luvun alkupuolella useat eri tiedemiehet havaitsivat tummia viivoja auringon spektrissä. Brewster huomasi kokeita tehdessään spektrokemiallisen analyysin historian kannalta erittäin oleellisen asian. Hänen kokeensa osoittivat, että johdettaessa typen oksideja valonlähteen ja prisman väliin syntyy tummia viivoja. Nämä tummat viivat olivat auringon spektrin tummia viivoja, jotka saivat aikaan auringon ympärillä olevat kaasut. (Lindsjö & Riekkola, 1976, 1.)

Vuosi 1955 oli erityisen tärkeä atomiabsorptiospektroskopian synnyssä. Tätä vuotta voidaankin pitää atomiabsorptiospektroskopian syntymävuotena. Tällöin australialainen fyysikko Alan Walsh ja toisistaan tietämättöminä Alkmande ja Milatz julkaisivat atomiabsorption peruseriaatteen ja esittivät menetelmää uudeksi analyysimenetelmäksi. Walsh ehdotti, että tutkittava näyte höyrystetään liekin tai jonkin muun riittävän kuumen lämmönlähteen avulla. Näin atomit saadaan virittymään korkeampaan tilaan ja absorptiospektri on mahdollista havaita. (Lindsjö & Riekkola, 1976, 2–3; Willard, Merritt, Dean & Settle, 1988, 243.)



## 2.2 Yleistä

Spektroskopia on elektromagneettisen säteilyn, absorption, hajoamisen ja emission mittaamista ja tulkintaa. Atomiabsorptiospektrometrin ilmiö voidaan jakaa kahteen tärkeään prosessiin. Ensimmäinen prosessi on vapaiden atomien tuottaminen näytteestä, ja toinen on säteilyn absorption mittaamista vapaista atomeista. Atomien säteilyn absorptio liekissä liittyy näiden atomien energiatasojen muutoksiin. Yleensä energiatilan muutos perustilan ja ensimmäisen viritustilan välillä tunnetaan ensimmäisenä resonanssiviivana. Tällä viivalla on vahvin absorboivuus eli vahvin kyky imeä säteilyä valonlähteestä. (Willard ym. 1988, 243–244.)

Instrumenttianalytiikan mittausten menetelmistä monet perustuvat valon absorptioon tai emissioon. Valon absorptiolla tarkoitetaan atomien kykyä absorboida valoa itseensä ja emissiolle taas tarkoitetaan absorptiolle käänteistä reaktiota. Atomiabsorptiossa näyte hajotetaan atomeiksi, jotka absorboivat lampun lähettämää säteilyenergiaa. Suurin osa sähkömagneettisesta säteilystä on silmälle näkymätöntä, sillä näkyvän valon aallonpituuden alue on noin 400–800 nm. (Lehtonen & Sihvonen, 2004, 211–212.)

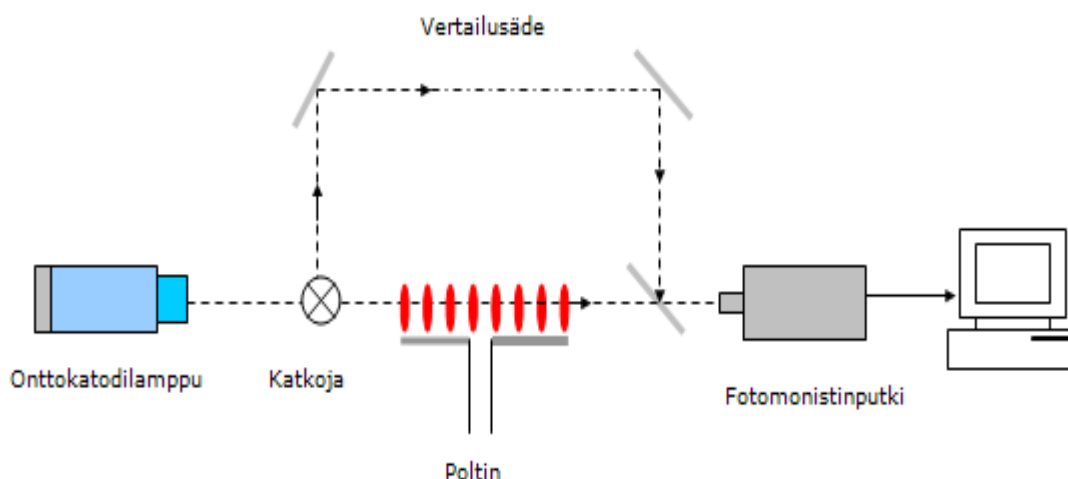
Atomi on perustilassaan, kun sen elektronit ovat alimmalla energiatasolla. Toisin sanoen tällöin atomilla on vähiten energiaa. Aivan perustilassaan olevat atomit eivät voi lähettää minkäänlaista säteilyä, joten energiatilan muuttaminen vaatii oikean suuruisen energia-annoksen. Tällöin energiaa joko sitoutuu tai vapautuu. (Lindsjö & Riekkola, 1976, 4–5.)

### 3 ATOMIABSORPTIOSPEKTROMETRI

Atomiabsorptiospektrometri eli AAS on nykyään yleisesti käytössä eri laboratorioissa. Menetelmällä voidaan määrittää metalleja pieninäkin pitoisuuksina, mutta menetelmällä ei voida määrittää epämetalleja, koska epämetallien emissio- ja absorptioaallonpituudet ovat UV-alueella. Laitteen huonona puolena voidaan pitää sitä, että sillä voidaan määrittää vain yhtä alkuainetta kerrallaan. Lisäksi yhdisteitä laite ei pysty tunnistamaan. (Lehtonen & Sihvonen, 2004, 222.)

#### 3.1 Toimintaperiaate

AAS:n toimintaperiaate perustuu tietyn alkuaineen kykyyn absorboida säteilyä, jonka aallonpituus on tiedossa. Näyte höyrystetään joko liekillä tai grafiittiuunilla. Tällöin näyte muuttuu atomimuotoon ja analyysi on mahdollista suorittaa. Valonlähde lähettää säteilyä liekin läpi, jolloin virittymättömät atomit virittyvät ja samalla absorboivat säteilyä. Näytteen pitoisuus vaikuttaa absorption määrään ja absorption määrää mitataan. Kuviossa 2 on esitetty AAS:n toimintaperiaate. (Lehtonen & Sihvonen, 2004, 222.)



KUVIO 2. AAS: n toimintaperiaate (Lehtonen & Sihvonen, 2004, 222.)

### 3.1.1 AAS-liekkitekniikka

AAS:n liekkitekniikan tärkein ja analyysiin paljon vaikuttava osa on laitteen sumutin- ja poltinjärjestelmä. Hyvä sumutin syöttää näytettä tasaisesti liekkiin. Polttimen liekin on oltava riittävän kuuma, jotta näyte saadaan muutettua atomimuotoon. Rakenteeltaan polttimen pitää olla korroosionkestävä ja äänetön. Myös helppo puhdistettavuus on huomioon otettava asia. Polttimella ei saa olla muistia, mikä tarkoittaa sitä, että poltin on aiemmista analyyseistä riippumaton. (Lindsjö & Riekkola, 1976, 28.)

Atomiabsorptiospektrometrin näytteen syöttö liekkiin tapahtuu yleensä pneumaattisilla sumuttimilla. Ultraääni- ja elektrostaattisia sumuttimia käytetään myös jonkin verran. Pneumaattisessa sumuttimessa kaasuvirran suuri nopeus hajottaa näytteen pisaroiksi. Tutkittavien näytteiden pitää olla riittävän laimeita, jotta sumuttimeen ja polttimen sisäosiin ei kiteydy suoloja. Myös näytteen pintajännityksen ja viskositeetin pitää olla mahdollisimman lähellä toisiaan. Sumuttimien laatua mitataan yleensä sen tehokkuuden avulla. Sumuttimen tehokkuus ilmaistaan atomimuotoisen näytteen suhteena näyteliuoksen koko kulutukseen. Pneumaattisen sumuttimen sekoituskammiossa on yleensä jokin kiinteä pinta tai pallo. Tämä on asetettu kapillaariputkesta tulevan näytesuihkun eteen, lähelle sumuttimen kärkeä. Pisarat pienenevät entisestään osuessaan kiinteään pintaan. (Lindsjö & Riekkola 1976, 28–29.)

Sekoituskammiossa pisarasumu ja palava kaasu sekoittuvat. Kammiossa seos haihtuu jonkin verran, ja tiivistyneet pisarat poistuvat kammion alaosaan. Sekoituskammion paine tulee pitää tasaisena, jotta paine-erot eivät vaikuttaisi signaaliin. Sekoituskammiossa on usein ns. spoileri, jonka tehtävä on sekoittaa pisarat ja kaasu toisiinsa. Tällöin nestesumun homogeenisuus eli tasalaatuisuus paranee. Sekoituskammioon tulee myös palavaa kaasua, joka sekoittuu kammiossa ilman kanssa. Palava kaasu nostaa kaasuseoksen lämpötilaa ennen polttimoa, jotta polttimen liekin lämpötila ja virittyminen eivät muuttuisi. (Lindsjö & Riekkola, 1976, 30–32.)

Atomiabsorptiospektrometrin polttimet jaetaan kahteen pääluokkaa. Nämä polttimet eroavat toisistaan kaasujen sekoitustavan mukaan. Esisekoituspolttimessa kantajakaasu ja palava kaasu sekoitetaan ennen palotilaa. Kokonaiskulutuspolttimessa kaasut sekoittuvat polttimen suulla. Tässä kohdassa tapahtuu myös sumuttaminen. Esisekoituspolttimessa sumu-

tin on erillään polttimesta ja tästä seuraa monia etuja. Huolto on helpompaa ja halvempaa, koska silloin ei tarvitse vaihtaa koko yksikköä, jossa sumutin ja poltin ovat samassa pakettissa. (Lindsjö & Riekkola, 1976, 32–34.)

### 3.1.2 Liekitön AAS-tekniikka

Liekittömässä tekniikassa liuoksena olevaa näytettä johdetaan grafiittiuunin putkeen. Putkea lämmitetään suurella vaihtovirralla, jolloin putki lämpenee voimakkaasti. Kaikilla analysoitavilla aineilla on tietyt atomisointilämpötilansa. Putken sisä- ja ulkopuolella virtaa argon-kaasua, joka estää näytteen hapettumisen. Putken lämpötilaa voidaan säädellä vesijäähdytyksellä. Tässäkin tekniikassa käytetään onttokatodilamppua, jonka lähettämää säteilyä ohjataan grafiittiuunin putkeen. Näytteen pitoisuus määritetään vertaamalla tunnetun pitoisuuden absorptiota tuntemattoman pitoisuuden absorptioon. (Lehtonen & Sihvonen, 2004, 223; Willard ym. 1988, 234–235.)

Liekittömän tekniikan yhtenä etuna voidaan pitää tekniikan tarkkuutta. Laitteella voidaan analysoida pienempiä pitoisuuksia kuin liekkitekniikalla ja laitteella voidaan käsitellä pienempiä näytetilavuuksia. Liekkitekniikka kuluttaa enemmän näytettä analysoidessaan sitä. Useimmissa tapauksissa liekittömällä tekniikalla voidaan analysoida myös kiinteitä näytteitä. Lisäksi laite on hiljaisempi liekkitekniikkaan verrattuna. (Willard ym. 1988, 234.)

Sähkölämmitteisessä atomiabsorptiospektrometrissä näytteen lämmitys etenee askeleittain. Ensimmäisenä on kuivausvaihe, jossa näytettä lämmitetään 20–30 sekuntia 110–125 °C:ssa. Tässä vaiheessa pyritään höyrystämään liuottimet pois. Jäljelle jäänyt näyte menee grafiittiputkeen. Toisessa vaiheessa näytettä kuumennetaan valittuun lämpötilaan, jossa esim. rasvat ja öljyt halkeilevat ja hiiltyvät. Viimeisessä vaiheessa grafiittiuunia lämmitetään valittuun lämpötilaan, jossa atomisaatio tapahtuu. (Willard ym. 1988, 237.)

Liekittömällä tekniikalla suurin osa näytteistä voidaan analysoida suoraan tai pienellä esikäsittelyllä. Näytteessä voi olla orgaanista liuotinta, tai näyte voi olla korkean viskositeetin omaavaa. Myös liuokset, jotka sisältävät korkean pitoisuuden jotakin tiettyä ainetta, soveltuvat analysoitavaksi liekittömällä tekniikalla. Kaikkia näytteitä ei tarvitse esikäsitellä, koska esimerkiksi orgaaniset komponentit tuhoutuvat näytteen kuivauksen jälkeen. Liekki-

tekniikkaan verrattuna liekittömän tekniikan vapaiden atomien elinaika on lyhyempi. Vapaat atomit ovat olemassa noin sekunnin sadasosan tai tämän alle. (Willard ym. 1988, 238.)

Liekittömässä tekniikassa taustan absorptio voi olla suuri ja usein se on myös vaihtelevaa. Tämä on yksi häiriötekijä, joka vaikuttaa analyysin lopputulokseen. Taustan absorptio johtuu usein valon sironnasta ja molekulaarisesta absorptiosta. Voimakkainta taustan absorptio on aineilla, jotka absorboivat 200–230 nm:n aallonpituuden alueella. Tällaisia aineita ovat mm. arseeni, seleeni, sinkki, lyijy, vismutti, tina ja kadmium. (Lindsjö & Riekkola, 1976, 158; Willard ym. 1988, 239.)

Liekittömässä atomiabsorptiossa näytteen absorptiota ei mitata jatkuvasti, toisin kuin liekkitekniikassa. Näytettä pipetoidaan uuniin kerta-annoksina, jolloin näytteen ei tarvitse hajota välittömästi. Grafiittiuunin lämpötilaa voidaan nostaa jopa yli 3000 °C:seen. Lämpötilan määrä riippuu aina määritettävästä alkuaineesta, ja eri yhdisteet tarvitsevat erilaisen lämpötilan hajotakseen atomimuotoon. (Lindsjö & Riekkola, 1976, 64.)

### **3.1.3 AAS-kylmähöyrytekniikka**

Elohopea määritetään ns. kylmäkaasumenetelmän avulla. Atomiabsorptiospektrometriin liitetään muutama lisälaite, joiden avulla elohopean määrittäminen onnistuu. Yleensä näytteiden sisältämät elohopeapitoisuudet ovat erittäin pieniä, joten toteamismenetelmän täytyy olla herkempi kuin liekkitekniikka tai liekitön tekniikka. Laitteen toteamisraja on nanogrammojen luokkaa tai sen alle. Grafiittiuunimenetelmässä elohopea pyritään erottamaan jo ennen määrittäystä. (Lindsjö & Riekkola, 1976, 176.)

Liekkimenetelmässä analysoitavaan liuokseen lisätään stannokloridia eli tinasuolaa, joka lisää elohopean määritysherkkyyttä. Tinasuolalla esikäsitellyn liuoksen elohopeayhdisteet pelkistyvät metalliseksi elohopeaksi, joten liekkiä ei siis välttämättä tarvita elohopean määrittämisessä ollenkaan. Metallinen elohopea lähtee esikäsitelystä liuoksesta ilmapirran mukana, jonka jälkeen ilma kuivataan. Ilma johdetaan absorptiokyvettiin, josta elohopean määrittäminen tehdään. Tätä menetelmää kutsutaan kylmäkaasumenetelmäksi. (Lindsjö & Riekkola, 1976, 176.)

Kobolttiyhdisteiden sisältämä elohopea on vaikea määrittää liekkitekniikalla, koska kobolttin spektrit häiritsevät mittausta. Määrittäminen on mahdollista pelkistysmenetelmää apuna käyttäen. Suljetussa systeemissä elohopeahöyry ja ilma kiertävät jatkuvasti. Määrittämiseen tarvitaan tavallisen atomiabsorptiospektrometrin lisäksi muutama lisälaitte, kuten kaasukyvetti, reaktioastia ja pumppu sekä jokin laite rekisteröimään maksimipiikki. (Lindsjö & Riekkola, 1976, 176.)

Tätä määrittämenetelmää kutsutaan dynaamiseksi systeemiksi. Laitteessa käytetään normaalia onttokatodilamppua. Polttimen paikalle asennetaan kyvetti, jonka täytyy olla valonsäteen edessä. Näyte laitetaan reaktioastiaan ja näytteessä oleva elohopea pelkistetään esimerkiksi tinasuolalla metalliseksi elohopeaksi. Astia kytketään kyvettiin, ja pumppu pumppaa tai imee kaasut systeemin läpi. Metallisen elohopean absorptio mitataan kyvetissä, jonka läpi onttokatodilamppu lähettää säteilyä elohopean aallonpituudella. (Lindsjö & Riekkola, 1976, 177.)

Elohopeaa voidaan määrittää myös ns. staattisella systeemillä. Tässä systeemissä kaasut ovat suljetussa tilassa koko mittauksen ajan. Staattisen systeemin mittaustulokset ovat tarkempia, koska kaasun virtausnopeudella ei ole vaikutusta tuloksiin. Myöskään standardeja ei tarvita jokaisessa näytesarjassa, toisin kuin dynaamisessa systeemissä. Staattisessa systeemissä näyte saatetaan atomimuotoon systeemin ulkopuolella. Elohopea vedetään vaakuumipullosta kyvettiin kaasupipetillä. Tämän jälkeen elohopean absorptio mitataan samalla tavalla kuin dynaamisessa menetelmässä. (Lindsjö & Riekkola, 1976, 178.)

Elohopean pelkistämisessä metalliseksi käytetään tinasuolan lisäksi myös hypofosforihappoa ja hydratsiinia. Metallisella elohopealla on huoneenlämmössä suuri höyrynpaine, jonka takia elohopea voidaan siirtää atomimuodossa pois liuoksesta ilmastuslaitteiden avulla. Tässä on kuitenkin otettava huomioon muutama seikka. Elohopean määrällä, liuoksen tilavuudella ja ilmastusnopeudella on omat vaikutuksensa, jotka täytyy ottaa huomioon. Suurella näytetilavuudella on pidempi ilmastusaika, joten pienestä näytemäärästä elohopea voidaan puhalttaa nopeasti. (Lindsjö & Riekkola, 1976, 178–179.)

Elohopeamäärittämisessä käytetään absorptioviivaa, jonka aallonpituus on 253,7 nm. Elohopealla on myös toinenkin absorptioviiva, joka on aallonpituudeltaan lyhyempi. Tämän mittaustarkkuus on myös huomattavasti huonompi ja aallonpituus on ultraviolettialueella, joten

mittaukset on suoritettava esimerkiksi tyhjiössä. Lyhyemmällä aallonpituudella ilma ja lasi absorboivat, joten tätä aallonpituutta ei ole järkevää käyttää. (Lindsjö & Riekkola, 1976, 184.)

Elohopean määrittämisessä esiintyy useita häiriöitä. Esimerkiksi rikkidioksidi ja typen oksidit häiritsevät mittausta voimakkaasti. Rikkioksidi aiheuttaa absorptiota 253,7 nm aallonpituudella, mutta se on poistettavissa esimerkiksi natriumhydroksidilla. Typen oksidit syntyvät typpihappoon liuotuksen yhteydessä. Typen oksidit voidaan poistaa liuoksesta keittämällä. (Lindsjö & Riekkola, 1976, 184–185.)

Kaliumpermanganaatti on analyysijä häiritsevä tekijä siinä vaiheessa kun sitä alkaa olla liuoksessa todella paljon. Tällöin liuos värjäytyy punaiseksi. Seleeni vaikeuttaa myös elohopean määrittäystä, koska seleeni muodostaa elohopean kanssa yhdisteitä. Seleenin vaikutus voidaan eliminoida laimealla tinasuolaliuoksella, joka estää seleenin pelkistymisen ennen elohopeaa. (Lindsjö & Riekkola, 1976, 184–185.)

### 3.2 Valonlähteet

Atomiabsorptiospektrometreissä käytetään valonlähteinä erilaisia lamppeja, jotka lähettävät säteilyä tietyllä aallonpituudella. Yleisimmin käytössä ovat onttokatodilamput, joiden katodi on tutkittavaa metallia. Valonlähteen tarkoituksena on tuottaa kapeaviivaista spektriä, jolla tietyn metallin absorptio tapahtuu. Valonlähteille on myös tiettyjä vaatimuksia, jotka lähteen täytyy täyttää. (Lindsjö & Riekkola, 1976, 17; Lehtonen & Sihvonen, 2004, 222.)

Lamppujen täytyy olla pitkäikäisiä ja hinnaltaan kohtuullisia. Lisäksi lamppujen helppo vaihdettavuus on tärkeä asia. Nykyisissä atomiabsorptiospektrometreissä on useita lamppujen paikkoja, jolloin lamppuja ei tarvitse joka kerta vaihtaa, kun tutkittava alkuaine vaihtuu. Lamppujen sisältämä täytekaasu ei saa aiheuttaa häiriöitä, ja lampun lähettämän säteilyn tulee olla juuri oikealla aallonpituudella. (Lindsjö & Riekkola, 1976, 18.)

### 3.2.1 Onttokatodilamput

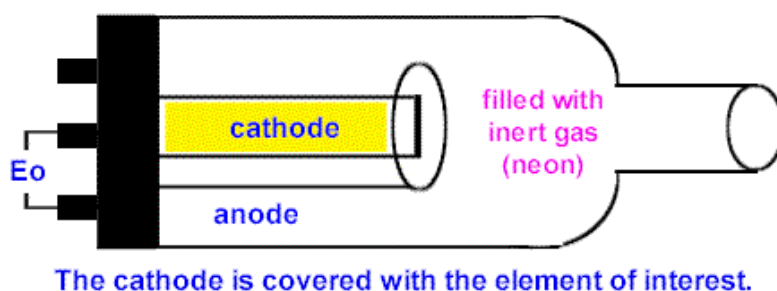
Nykyisin onttokatodilamput ovat suosituimpia valonlähteitä atomiabsorptiospektrometreissä. Onttokatodilamppu on valmistettu lasista, ja lasiputken päätyikkuna on usein kvartsia. Anodilanka on sijoitettu sylinterimäisen katodin viereen. Katodi on valmistettu tutkittavasta alkuaineesta. Lamppu sisältää reagoimatonta kaasua, yleensä argonia tai neonia. Kaasu on lampun sisällä pienessä paineessa, noin 4–10 torria. Lamppu toimii pienellä virralla, joka on alle 30 mA. Jännite on taas suhteellisen korkea, jopa 400 V. (Willard ym. 1988, 247.)

Anodi on valmistettu tantaalista, zirkoniumista, volframista tai nikkelistä. Katodin ja anodin välille kytketään jännite, jolloin lampun sisältämä täytekaasu ionisoituu. Ionit alkavat iskeytyä katodin pintaan, jolloin katodista irtoaa metalliatomeja. Metalliatomit virittyvät iskeytyessään toisiinsa, jolloin atomit lähettävät emissiospektriä. Inertin eli reagoimattoman kaasun tärkein tehtävä on irrottaa tehokkaasti metalliatomeja katodilta. Kaasulla täytyy olla suuri kineettinen energia, jotta sen aiheuttama purkaus saa metalliatomit liikkeeseen. (Lindsjö ym. 1976, 19.)

Onttokatodilampun tehokkuus riippuu lampun geometriasta ja potentiaalin määrästä. Korkean potentiaalin lamput aiheuttavat suuremman virran, joka johtaa suurempaan intensiteettiin. Suurempi virta taas tuottaa suuremman määrän virittyneitä atomeja. Virittyneet atomit voivat siirtää säteilyä absorboimalla virittymättömiin atomeihin. Tätä kutsutaan sisäiseksi absorptioksi, joka johtaa matalampaan intensiteettiin. Nykyään markkinoilla on saatavissa monialkuainelamppuja, joiden katodi on tehty monista eri metalleista. Näillä monialkuainelampuilla voidaan analysoida useampia alkuaineita samalla lampulla. (Skoog, Holler & Nieman 1998, 215.)

Yleisesti ottaen monialkuainelamppujen herkkyys ei ole niin hyvä kuin perinteisillä lampuilla. Nykyisissä atomiabsorptiospektrometreissä on ns. lampputorni, johon voidaan asentaa useita lamppeja. Tietokoneen avulla tornia voidaan pyörittää vaaditulle kohdalle. Kaikilla onttokatodilampuilla on rajallinen käyttöikä, ja se vaihtelee luonnollisesti käytön mukaan. (Willard ym. 1988, 248.) Kuviossa 3 on esitetty onttokatodilampun pääkomponentit.





KUVIO 3. Onttokatodilampun pääkomponentit (Chemtec 2012.)

### 3.2.2 EDL-lamput

Elektronittomat purkauslamput ovat toinen yleinen säteilynlähde, jota käytetään atomiabsorptiospektrometreissä. Elektronittomat purkauslamput on valmistettu alkuaineesta tai kyseisen alkuaineen suolasta. Lampun sisällä on inerttiä kaasua matalassa paineessa. Kaasu on yleensä argonia, joka on suljettu pieneen kvartsiputkeen. Putkessa oleva polttimo on keräamisen sylinterin sisällä. Polttimon ympärille on kääritty käämi, joka toimii lähettimenä. (Willard ym. 1988, 248–249.)

Lampun lämpötila on tärkeää säätää oikealle tasolle, jolloin lamppu lähettää oikeanlaista säteilyä tutkittavalle alkuaineelle. Optimilämpötilat vaihtelevat analysoitavien aineiden mukaan. Elektronittomia purkauslamppuja on saatavilla noin parillekymmenelle eri alkuaineelle. Elektronittomien purkauslamppujen suorituskyky ja herkkyys ovat samalla tasolla kuin onttokatodilamppujen. (Willard ym. 1988, 249; Skoog ym. 1998, 215.)

## 4 KESKI-POHJANMAAN AAS:N KÄYTTÖKUNTO

Opinnäytetyön tarkoituksena oli tutkia ja selvittää Keski-Pohjanmaan Aikuisopiston atomiabsorptiospektrometrin käyttökunto. Laite on ollut käyttämättömänä usean vuoden ajan. Laite siirrettiin aikuisopistolla uuteen paikkaa, ja ensimmäinen tehtävä oli uuden työskentelytilan valmistelu. Tilassa täytyy olla tarvittavat laboratoriovälineet sekä kaasulinjat. Myös ilmanvaihto täytyi ottaa huomioon, koska laitetta käytettäessä syntyy aina jonkin verran haitallisia kaasuja.

### 4.1 Työskentelytilan valmistelu

Opinnäytetyön ensimmäinen vaihe oli työskentelytilan valmistelu. Tilassa oli valmiina tarvittavat kaasulinjat eli paineilma- ja asetyleenilinjat. Atomiabsorptiospektrometri vaatii toimiakseen palavan kaasuseoksen, jonka paineilma ja asetyleeni muodostavat. Tilassa oli valmiina myös pöytä ja riittävä valaistus. Atomiabsorptiospektrometri kannettiin uuteen paikkaan ja samalla laite sijoitettiin mahdollisimman lähelle kaasulinjoja ja ilmanvaihtoputkia. Tilaan täytyi tuoda vielä toinen pöytä tietokonetta varten.

Ilmanvaihdon suunnittelu oli työn seuraava askel. Tilassa oli poistoputki valmiina, mutta huuva puuttui. Isosta poistoilmaputkesta täytyi vetää oma haara atomiabsorptiospektrometrin yläpuolelle. Tässä täytyi ottaa huomioon laitteen korkeus ja myös uudempiaikaisen laitteen korkeus, jotta huuva ei tule liian lähelle tai liian kauaksi laitetta. Ohjekirjan mukaan huuvan alareuna sai olla korkeintaan 300 mm:n päässä laitteen yläreunasta. Huuva oli tärkeää säätää oikealle korkeudelle, jotta suurin osa syntyvistä kaasuista saataisiin pois työskentelytilasta.

Huuva asennettiin paikoilleen ja säädettiin oikealle korkeudelle. Asennuksesta vastasi Kokkolan ammattiopiston metallipuolen kolmannen vuoden kaksi opiskelijaa. Lisäksi metallipuolen opettaja oli valvomassa ja tarkastamassa työn laadun. Samalla tämä oli hyvä oppimistilanne metallipuolen opiskelijoille sekä myös itselleni. Huuvan yläpuolella ole-

vaan putkeen asennettiin myös säätöventtiili, jolla voidaan säätää poistettavan ilman määrää.

## **4.2 Laitteen koekäyttö**

Laboratoriotilaan hankittiin tietokone laitteen ohjausta varten. Laitteessa itsessään ei ole sisäistä ohjausyksikköä, joten tietokoneen liittäminen atomiabsorptiospektrometriin oli välttämätöntä. Laitteessa oli valmiina paikoillaan kaapeli, jolla laite täytyi yhdistää tietokoneeseen. Kävi kuitenkin ilmi, että kaapelin toinen pää ei käy tietokoneeseen suoraan, koska liitin on niin vanhaa mallia. Otin yhteyttä aikuisopiston ATK-tukeen, josta neuvottiin kysymään apua laitteen edelliseltä käyttäjältä. Samalla ATK-tuki neuvoi kysymään ammattikorkeakoululta neuvoja.

Ammattikorkeakoululla oli käytössä melkein vastaavanlainen atomiabsorptiospektrometri. Kävin AMK:n varastossa etsimässä vanhan AAS:in osia. Laite ei ollutkaan täysin samanlainen, vaan siinä mallissa oli ohjausyksikkö samassa paketissa. Seuraavaksi otin yhteyttä laitteen maahantuojan asiakaspalveluun. Siellä neuvottiin hankkimaan tietokoneeseen IEEE-kortti, joka asennetaan suoraan tietokoneen emolevyyn. Kortin toisessa päässä oli oltava sopiva portti atomiabsorptiospektrometrin kaapeliin.

Aluksi kyselin aikuisopiston ATK-henkilökunnalta neuvoja siihen, mistä voisin etsiä oikeanlaista korttia. Kyselin kahdesta kokkolalaisesta tietokoneliikkeestä IEEE-korttia, mutta kummassakaan liikkeessä sopivaa korttia ei ollut saatavilla. Kortin tekniikka on sen verran vanhaa, että tällaisia kortteja ei enää pidetä hyllyssä. Kuviossa 4 on vastaavanlainen laite kuin aikuisopiston vanha laite.



KUVIO 4. Aikuisopiston vanha atomiabsorptiospektrometri

Etsin Internetistä oikeanlaista korttia useaan otteeseen. Muutamia kortteja löytyi, mutta näiden sopivuudesta ei ole aina tarkkaa tietoa. Sivustoilla oli myynnissä myös käytettyjä kortteja, ja näidenkään toimivuudesta ei voi mennä takuuseen. Korttien hinnat vaihtelivat myös aika paljon. Lopulta päätin ottaa yhteyttä AAS:n valmistajan maahantuojaan. Yrityksellä on huolto- ja asiakaspalvelu Turussa. Sieltä löytyi oikeanlainen kortti, jonka laitoin tilaukseen.

Muutaman viikon kuluttua kortti saapui aikuisopistolle. Seuraavaksi oli vuorossa kortin asennus tietokoneen emolevyyn. Asennus oli varsin yksinkertainen työ. Ensiksi irroitin tietokoneen takalevyn, joka oli vain parilla ruuvilla kiinni. Tämän jälkeen vain laitoin ohjainkortin kiinni tietokoneen emolevyyn ja samalla tein sopivan reiän koneen takalevyyn, jotta kortin toisessa päässä oleva liitin saadaan näkyviin. Nyt tietokoneessa oli atomiabsorptiospektrometrin kaapeliin sopiva portti.

Seuraavaksi kiinnitin kaapelin kiinni tietokoneeseen ja laitoin laitteeseen virran päälle. Tietokoneen kovalevyllä oli jo aiemmassa vaiheessa asennettu AAS:n vaatimat ohjelmat. Tämän jälkeen tietokone alkoi vaatia oikeanlaista ajuria äsken asennetulle kortille. Kyselin monesta eri paikasta oikeaan ajuria, ja laitteen maahantuoja suositteli lataamaan ajurin Internetistä. Maahantuojan huolto ei kuitenkaan antanut takuita siitä, että ajuri toimii, koska laite on jo niin vanhaa mallia. Lopulta löysin oikeanlaisen ajurin ja samalla latasin sen omalle tietokoneelle.

Tämän jälkeen siirsin ajurin tikulle ja vielä edelleen levykkeelle, jotta ajuri saadaan asennettua koneeseen. Ajuri oli aluksi levykkeellä pakattuna tiedostona. Tämä aiheutti seuraavan ongelman: tietokone ei pystynyt jostain syystä aukaisemaan pakattua tiedostokansiota. Seuraavaksi kopion tiedostokansion avattuna levykkeelle ja asensin sen tietokoneelle. Laite ei kuitenkaan ruvennut toimimaan halutulla tavalla. Otin yhteyttä laitteen huoltoon ja kysyin lisää neuvoja.

Huoltopalvelu sanoi, että näin vanhan laitteen käyttöönotto on melkein mahdotonta. Lisäksi laitteen tarkkuus ei ole lähelläkään verrattuna uusiin laitteisiin. Varaosia tähän malliin on myynnissä niukasti, joten jonkin osan särkyessä koko laite on uusittava. Lamppuja oli vielä saatavilla, sillä ne ovat pysyneet melkein muuttumattomina. Lamppujen koko on vain nykyään pienempi. Huolto lupasi vielä tutkia asiaa lisää, mutta mitään takuita laitteen toimintakuntoon saamisesta ei tullut. Samalla kysyin uuden laitteen hintaa.

Huoltopalvelu otti yhteyttä minuun muutaman päivän kuluttua. Sieltä sanottiin, että juuri tämän mallisesta laitteesta löytyy hyvin vähän tietoja. Sieltä todettiin, että uusia varaosia ei ole enää saatavissa, koska laite on niin vanhaa mallia. Laite on noin 20 vuotta vanha, ja kuulemma jo noin kymmenen vuotta vanhoihin laitteisiin on vaikeaa löytää varaosia. Ohjainkortille sopivaa ajuria ei myöskään löytynyt. Seuraavaksi otin yhteyttä opinnäytetyöni valvojaan ja aloimme miettiä eri vaihtoehtoja työn eteenpäin saattamiseksi.

Kävin koululla keskustelemassa muutaman opettajan kanssa, ja sitä kautta selvisi, että AMK:n vanha AAS olisi koulun varastossa. Otin yhteyttä laboratoriotiloista vastaavaan opettajaan, ja hän totesi, että laite voidaan siirtää aikuisopistolle. Laite oli ollut pari vuotta käyttämättömänä, mutta sen pitäisi olla toimintakunnossa. Laitteen käytöstä luovuttiin silloin, kun AMK:lle saatiin uusi AAS. Tämä laite oli myös melko vanhaa mallia, mutta tässä mallissa oli sisäänrakennettu ohjausyksikkö. Tämän vuoksi laitteen ohjaukseen ei tarvitse liittää tietokonetta.

Seuraavana päivänä laite siirrettiin aikuisopistolle. Ensiksi täytyi kantaa entinen laite pois tieltä, ja sen jälkeen kannoimme uuden laitteen paikoilleen. Aluksi tarkastin letkujen kunnon. Asetyleeniletku oli varsin hyvässä kunnossa. Ilmaletku oli halkeillut muutamasta kohdasta, joten päätin vaihtaa sen. Laitteessa ei ollut lainkaan lamppuja paikoillaan, joten seuraavaksi asensin yhden lampun paikoilleen. Asetyleenin venttiiliä avatessani huomasin,

että linjassa ei ollut painetta lainkaan. Luulin, että kaasupullojen säilytyspaikassa oli pullon venttiili kiinni, mutta varastossa ei ollut lainkaan asetyleeniä.

Muutaman päivän päästä laboratorioon saatiin asetyleeniä. Nyt laite oli valmiina koekäyttöön. Kaikki kaasuletkut olivat paikoillaan ja virtajohto pistorasiassa. Laitteessa ei ollut lainkaan lamppuja paikoillaan. Koneeseen mahtuu neljä lamppua kerrallaan, ja vain yksi niistä voi olla samaan aikaan käytössä. Asensin laitteeseen kokeilumielessä nikkelilampun. Seuraavaksi laitoin laitteen päävirran päälle ja aloin tutkia laitteen ohjekirjaa.

#### 4.3 AMK:n laitteen koekäyttö

AMK:n laite oli samaa kokoa kuin aikuisopiston laite, joten kaasunpoistojärjestelmään ei tarvinnut tehdä muutoksia. Tämä helpotti ja nopeutti huomattavasti laitteen koekäyttöä. Lisäksi kaasunpoistossa on otettu huomioon myös uudempi aikaisen laitteen ulkomitat. Laboratoriotilassa ollut tietokone siirrettiin pois, koska se oli tarpeeton tämän toisen mallisen laitteen kanssa. Muita muutoksia laboratoriotilaan ei tarvinnut vielä tässä vaiheessa tehdä. Kuviossa 5 on esitetty AMK:n vanha atomiabsorptiospektrometri.



KUVIO 5. AMK:n vanha atomiabsorptiospektrometri (Janne Rusanen)

Laite käynnistyi normaalisti. Alussa se latasi ohjelmistoa muutaman minuutin. Ohjelmistot oli valmiiksi ladattu laitteen kovalevylle. Seuraavaksi laite tunnisti laitteeseen asennetun lampun aivan oikein, eli laitteessa oli paikoillaan nikkelilamppu. Koneen näytöltä pystyi muuttamaan lampulle menevää virtaa. Tässä tapauksessa laitoin virraksi 30 mA. Kaikkien onttokatodilamppujen kannassa näkyy suositeltava virtamäärä. Tässä nikkelilamputta suositeltu virtamäärä oli 25–40 mA.

Tämän jälkeen täytyi valita tekniikka, jolla näytteitä ruvetaan analysoida. Valitsin näytöltä liekki-tekniikan, koska se oli ainut käytettävissä oleva tekniikka. Laite latasi liekki-tekniikan asetuksia noin minuutin ajan, ja seuraavassa vaiheessa pääsin jo yrittämään liekin sytyttämistä. Liekki syttyi heti ensimmäisellä yrittämällä, mutta paineilma aiheutti jonkin verran paineiskuja. Laitoin paineilman käsiventtiiliä pienemmälle, ja tämä paransi tilannetta huomattavasti. Näytöltä pystyi säätämään molempia kaasuvirtauksia, eli asetyleenin ja ilman virtausta.

Laitteessa oli valmiit asetusarvot kaasujen virtauksille. Asetyleenin virtauksen asetusarvo oli 2,5 l/min, ja ilman virtauksen asetusarvo oli 8,0 l/min. Näitä arvoja pystyi muuttamaan. Näin saatiin säädettyä liekki sopivan kokoiseksi. Asetyleenin lisäyksellä saatiin kasvatettua liekin lämpötilaa ja päinvastoin. Liekin täytyi olla tarpeeksi kuuma, jotta se virittää atomit ylemmälle energiatasolle. Liekin väristä pystyi päättämään sen lämpötilan, sillä sinertävä liekki on aina kuumempi kuin kellertävä liekki. Kaasuvirtauksia muutettaessa täytyi pitää huoli siitä, että kaasujen virtauksien suhteet eivät muutu radikaalisti.

Liekin testauksen jälkeen sammutin liekin ja rupesin säätämään lamppua oikealle kohdalle. Aluksi lampun täytyi lämmetä noin 15 minuuttia, jotta se antaa tarpeeksi voimakkaan säteilyn. Lamppua pystyi säätämään kahdesta kohtaa. Toisella ruuvilla säädettiin horisontaalinen suuntaus ja toisella ruuvilla säädettiin vertikaalinen suuntaus. Laitteen näytöltä pystyi lukemaan, milloin lampun aiheuttama säde oli oikealla kohdalla. Tämän jälkeen laite oli valmiina näytteiden analysointiin.

Kyselin ohjaavilta opettajiltani mahdollisia näytteitä, joita laitteella voitaisiin määrittää. Kävin myös keskustelemassa muutaman muun opettajan kanssa. Ammattikorkeakoulun laboratorista sain hyviä ohjeita esimerkiksi standardiliuosten valmistukseen. Kävi ilmi, että aikuisopistolla tehdään harjoitustöitä, joissa syntyy kupariliuoksia. Näiden liuosten kupari-

pitoisuudet täytyi varmistaa atomiabsorptiospektrometrillä. Ensiksi täytyi valmistaa standardiliuokset, joiden pitoisuuksien avulla laite pystyy määrittämään näytteiden sisältämät kuparipitoisuudet.



## 5 TYÖN SUORITUS

Opinnäytetyön kokeellisena osana oli tutkia aikuisopiston vanhan atomiabsorptiospektrometrin käyttökunto. Kuten edellisistä kappaleista tuli ilmi, aikuisopistolla otettiin käyttöön ammattikorkeakoulun vanha laite. Laitetta testattiin kuparisulfaattiliuoksilla, jotka oli tehty aikaisemmin aikuisopiston laboratorioharjoituksissa. Tämän jälkeen laitteen antamia tuloksia verrattiin ammattikorkeakoulun laitteen vastaaviin tuloksiin.

### 5.1 Standardiliuosten valmistus

Kokeellisen osan ensimmäinen vaihe oli standardiliuosten valmistus. Nämä täytyi valmistaa siksi, että koska laite määrittää näytteiden sisältämät pitoisuudet standardiliuosten tunnettujen pitoisuuksien avulla. Standardiliuokset täytyi tehdä mahdollisimman tarkasti, jotta tulokset olisivat tarkkoja. Käytettävissäni oli valmista kuparisulfaattiliuosta, jonka pitoisuus oli 1000 mg/l. Laimensin tästä liuoksesta neljä standardiliuosta, joiden pitoisuudet olivat 1 ppm, 2 ppm, 3 ppm ja 4 ppm.

Aluksi laimensin alkuperäisen kuparisulfaattiliuoksen pitoisuuteen 10 mg/l. Tein liuoksen 500 ml:n mittapulloon. Pipetoin tarkasti 5 ml alkuperäistä liuosta ja laitoin sen mittapulloon. Tämän jälkeen täytin pullon merkkiin asti tislatulla vedellä. Seuraavaksi valmistin tästä työliuoksesta neljä standardiliuosta. Tein liuokset 100 ml:n mittalaseihin. Ensimmäiseen mittalasiin pipetoin 10 ml työliuosta ja lopuksi täytin lasin merkkiin asti tislatulla vedellä. Seuraavaan standardiin pipetoin 20 ml työliuosta ja lopun täytin merkkiin asti. Kaksi viimeistä standardia tein pipetoimalla toiseen 30 ml ja toiseen 40 ml työliuosta ja toimin samalla tavalla kuin edellä.

#### 5.1.1 Näytteiden esikäsittely

Käytettävissäni oli kolme eri kuparisulfaattinäytettä, joiden sisältämät kuparipitoisuudet haluttiin tarkistaa atomiabsorptiospektrometrillä. Näytteiden pitoisuudet olivat 10 mg/l,

500 mg/l ja 1000 mg/l. Aluksi näytteet täytyi laimentaa, koska laitteeseen ei saa syöttää liian vahvoja näytteitä. Laitteen optiikka ei nimittäin kestä kovinkaan voimakasta säteilyä, jonka liian vahvat näytteet tuottavat. Esimerkiksi pitoisuus 500 mg/l on jo liian vahva tälle laitteelle.

Laimensin alkuperäisistä näytteistä kolme näytettä, joiden pitoisuudet olivat 1 ppm, 3 ppm ja 5 ppm. Tein näytteet 100 ml:n mittapulloihin. Ensimmäisen näytteen valmistin pipetoimalla 10 ml näytettä, jonka pitoisuus oli 10 mg/l. Lopun täytin merkkiin asti tislatulla vedellä. Toisen näytteen tein pipetoimalla 0,3 ml näytettä, jonka pitoisuus oli 1000 mg/l, ja lopun täytin vedellä. Kolmannen näytteen tein pipetoimalla 1 ml näytettä, jonka pitoisuus oli 500 mg/l. Tässäkin tapauksessa täytin mittapullon merkkiin asti tislatulla vedellä.

### **5.1.2 Laitteen toiminta**

Aloitin laitteen testauksen ajamalla standardiliuokset läpi. Ensimmäiseksi laitoin laitteeseen virran päälle ja aukaisin kaasuhanat. Annoin lampun lämmetä noin 15 minuuttia ennen analyysijä. Seuraavaksi valitaan laitteen näytöltä tutkittava alkuaine eli tässä tapauksessa valitsin kuparin. Aineen voi valita näppäilemällä alkuaineen järjestysnumeron, joka kuparilla on 29. Tämän jälkeen asetin samasta aloitusvalikosta lampulle menevän virran määrän. Oikea virtamäärä löytyy yleensä lampun kannasta. Tässä tapauksessa sopiva virtamäärä oli 10 mA.

Seuraavaksi valitsin samasta valikosta tekniikan, jolla analyysi oli tarkoitus suorittaa. Valitsin liekkitekniikan, joka oli tässä tapauksessa ainut mahdollisuus. Tämän jälkeen valitsin oikean aallonpituuden, jolla kupari absorboi parhaiten säteilyä. Oikea aallonpituus oli 324,8 nm, ja se löytyi valmiina laitteen asetuksista. Laitteeseen on ladattu ns. keittokirja, josta löytyy yleisimpien alkuaineiden tiedot. Tämä helpottaa ja nopeuttaa analyysien suoritusta tutkittavan aineen muuttuessa.

Tämän jälkeen siirryin ohjelmavalikkoon, jossa oli mahdollisuus valita mm. lampulle menevä virta sekä kaasuvirtauksien määrät. Laitteessa oli valmiit asetusarvot kaasuvirtauksille. Asetyleenin virtauksen asetusarvo oli 2,5 l/min, ja ilman virtauksen asetusarvo oli 8,0

l/min. Lampulle menevän virran määrä oli jo aikaisemmassa vaiheessa asetettu oikeaksi, ja kaasuvirtauksien määrään en vielä tässä vaiheessa tehnyt minkäänlaisia muutoksia.

Seuraavaksi sytytin liekin ja syötin samalla laitteeseen kapillaariputken kautta tislattua vettä. Liekkiä täytyi hieman säätää muuttamalla kaasuvirtauksia. Virtauksien määrään ei saa tehdä liian suuria muutoksia kerralla, vaan muutokset täytyy tehdä pienin askelin. Asetyleenin ja ilman määrien suhteen täytyy pysyä melko samana liekkiä säädettäessä. Sain liekin palamaan hyvin ja tasaisesti koko polttimen alueella. Tämän jälkeen totesin lampun lämmenneen jo riittävästi ja aloitin analyysien tekemisen.

Syötin laitteeseen standardiliuokset, joiden pitoisuudet olivat 1 ppm, 2 ppm, 3 ppm ja 4 ppm. Standardit syötettiin laitteeseen yksi kerrallaan ja standardien välillä laitteeseen syötettiin tislattua vettä. Ajoin kaikki neljä standardia läpi ja laite antoi seuraavanlaiset tulokset. Taulukossa 1 on esitetty laitteen antamat pitoisuudet.

TAULUKKO 1. Standardiliuosten pitoisuudet

Std 1 (1 ppm)	Std 2 (2 ppm)	Std 3 (3 ppm)	Std 4 (4 ppm)
0,74 ppm	2,34 ppm	3,06 ppm	3,73 ppm

Seuraavaksi aloin analysoida näytteitä, joita oli kolme kappaletta. Näiden pitoisuudet olivat 1 ppm, 3 ppm ja 5 ppm. Pitoisuudet olivat tiedossa sen vuoksi, että niiden avulla voitiin todeta laitteen antamien arvojen oikeellisuus. Näytteet syötettiin laitteeseen yksi kerrallaan ja näytteiden välillä laitteeseen syötettiin tislattua vettä. Laite antoi seuraavat tulokset, jotka on esitetty taulukossa 2.

TAULUKKO 2. Näytteiden pitoisuudet

Näyte 1 (1 ppm)	Näyte 2 (3 ppm)	Näyte 3 (5 ppm)
1,46 ppm	1,02 ppm	0,85 ppm

### 5.1.3 AMK:n uuden laitteen toiminta

Opinnäytetyön tarkoituksena oli verrata aikuisopiston ja ammattikorkeakoulun laitteiden tulosten eroavaisuuksia. Aikuisopiston laitteen testauksen jälkeen siirryin ammattikorkeakoulun laboratorioon, jossa oli käytössä pari vuotta vanha atomiabsorptiospektrometri. Tein uudet standardiliuokset standardiohjeiden mukaisesti ammattikorkeakoulun laboratoriossa. Punnitsin kiteistä kuparisulfaattia tarkasti 3,9313 g ja liuotin sen väkevään typpihappoon. Täytin mittapullon (1000 ml) merkkiin asti tislattulla vedellä, ja perusliuos (1000 mg/l) oli valmis.

Seuraavaksi laimensin perusliuoksesta työliuoksen, jonka pitoisuus oli 10 mg/l. Tämänkin liuoksen tein 1000 ml:n mittapulloon. Pipetoin 10 ml perusliuosta ja siirsin sen mittapulloon. Lisäksi laitoin 10 ml väkevää typpihappoa, jotta kupari liukenee varmasti täydellisesti nesteeseen. Tämän jälkeen täytyi mittapullon merkkiin asti tislattulla vedellä. Seuraavaksi tein tästä työliuoksesta standardiliuokset 100 ml:n mittapulloihin. Tein viisi standardiliuosta, joiden pitoisuudet olivat 0 ppm, 0,5 ppm, 1 ppm, 3 ppm ja 5 ppm. Esimerkiksi pitoisuuden 1 ppm sain pipetoimalla 10 ml työliuosta mittapulloon ja lopuksi täytin pullon merkkiin asti tislattulla vedellä.

Tämän jälkeen aloin tutustua ammattikorkeakoulun atomiabsorptiospektrometrin käyttöön. Tässäkin mallissa oli sisäänrakennettu ohjausyksikkö, ja laitteen ohjaus tapahtui laitteen kosketusnäytöltä. Ensimmäiseksi laitoin laitteeseen virran päälle, aukaisin kaasuhanat ja odotin hetken, että laite lataa ohjelman loppuun asti. Aloitusnäytöltä valitsin liekkitekniikan ja siirryin seuraavaan valikkoon. Seuraavaksi valitsin analysoitavan aineen listalta eli

tässä tapauksessa kuparin. Laite antoi valmiiksi oikean aallonpituuden (324,8 nm), jolla kupari absorboi lampun lähettämää säteilyä.

Laitoin lampun lämpenemään, ja lämpeneminen kestää uusissa malleissa noin 5–10 minuuttia. Lampun lämmitessä asetin yksiköiksi mg/l ja syötin samalla standardiliuosten pitoisuudet. Tämän jälkeen sytytin liekin palamaan ja odotin hetken, että liekki tasaantuu. Sitten siirryin analyysivalikkoon, jossa ensimmäiseksi syötin laitteeseen ns. nollanäytteen. Seuraavaksi ajoin loput standardinäytteet läpi ja niiden välissä syötin laitteeseen tislattua vettä.

Viimeisen standardinäytteen analysoinnin jälkeen laite esitti standardisuoran näytölle. Tulostin kuvaajan ja siirryin analysoimaan näytteitä. Käytin samoja kuparinäytteitä kuin aikuisopiston laitteen analyysissä. Syötin näytteet laitteeseen yksi kerrallaan ja myös niiden välissä laitteeseen täytyi syöttää tislattua vettä. Taulukossa 3 on esitetty näytteiden sisältämät kuparipitoisuudet.

TAULUKKO 3. Näytteiden pitoisuudet

Näyte 1 (1 ppm)	Näyte 2 (3 ppm)	Näyte 3 (5 ppm)
1,04 ppm	0,34 ppm	0,35 ppm

Molempien laitteiden antamista tuloksista voi päätellä, että näytteet eivät sisältäneet niin paljon kuparia kuin olisi pitänyt. Näytteet olivat pari vuotta vanhoja, mutta en usko tällä olevan ratkaisevaa merkitystä asiaan, sillä näytteet oli säilytetty oikealla tavalla. Käytin molempien laitteiden testauksessa juuri samoja näytteitä, joten niiden alkuperäisillä oletetuilla pitoisuuksilla ei ollut väliä. Ainoa ratkaiseva tekijä oli tulosten eroavaisuus, jota tulen käsittelemään laajemmin myöhemmässä luvussa.

## 5.2 Toinen testi Aikuisopistolla

Tein aikuisopiston laitteella toisen koeajon, jonka tarkoituksena oli verrata tuloksia aikaisemman testin kanssa. Tässä kokeessa käytin samoja standardiliuoksia kuin AMK:n laitteen testissä. Standardiliuosten pitoisuudet olivat 0 mg/l, 0,5 mg/l, 1 mg/l, 3 mg/l ja 5 mg/l. Myös kuparinäytteet olivat samat kuin aikaisemmissa testeissä. Näytteitä oli kolme kappaletta.

Ensimmäiseksi laitoin laitteeseen virran päälle ja laitoin lampun lämpenemään. Samalla aukaisin myös kaasuhanat. Seuraavaksi valitsin tutkittavan aineen (kupari) laitteen näytöltä ja tämän jälkeen valitsin sopivan virran lampulle. Laite ehdotti valmiiksi 10 mA, joka oli sopiva virta. Sitten valitsin liekkiteknikan ja aallonpituudeksi valitsin 324,8 nm. Tämän jälkeen siirryin ohjelmavalikkoon, jossa oli mahdollisuus muuttaa esimerkiksi kaasuvirtauksien määrää.

Laitteen muistissa oli valmiit asetusarvot asetyleeni- ja ilmavirtauksille. Asetyleenin määrä oli 2,5 l/min, ja ilman määrä oli 8,0 l/min. Seuraavaksi sytytin liekin ja syötin siihen samalla tislattua vettä. Liekki paloi hyvin ja tasaisesti, joten annoin kaasuvirtauksien määrän olla valmiissa asetusarvoissaan. Annoin lampun lämmitä noin 15 minuuttia, koska lampun lämpötilan täytyy aina tasaantua ennen analyysijä. Seuraavaksi aloitin analyysien tekemisen.

Aluksi ajoin standardinäytteet (5 kpl) läpi. Standardien välissä syötin laitteeseen tislattua vettä. Pisteet osuivat hyvin standardisuoralle. Seuraavaksi ajoin näytteet läpi yksi kerrallaan. Myös jokaisen näytteen välissä syötin laitteeseen tislattua vettä. Taulukossa 4 on esitetty näytteiden sisältämät kuparipitoisuudet.

TAULUKKO 4. Näytteiden pitoisuudet

Näyte 1	Näyte 2	Näyte 3
0,66 ppm	0,25 ppm	0,28 ppm

Toisen koeajon tulokset olivat jo lähempänä oikeita arvoja. Oikeiksi arvoiksi tässä työssä oletetaan AMK:n uuden laitteen antamia tuloksia. Uuden laitteen tulokset ovat varmasti lähellä totuutta, koska laite on paljon tarkempi kuin vanhat laitteet. Uudessa laitteessa on myös uudempi lamppu, mikä vaikuttaa tulosten tarkkuuteen merkittävästi. Lampuissa on sisällä argonkaasua, joka voi ajan kuluessa vuotaa pois. Tällöin lamppu on käyttökelvoton.

Päätimme opinnäytetyöni ohjaajan kanssa tilata uuden lampun aikuisopiston laitteeseen. Lampun kunnolla on kuitenkin paljon merkitystä laitteen antamiin tuloksiin ja tätä kautta myös laitteen tarkkuuteen. Kyselin laitteen maahantuojalta laitteeseen sopivia lamppeja. Sieltä kerrottiin, että uudet lamput eivät käy suoraan vanhoihin laitteisiin vaan väliin tarvitaan oikeanlainen adapteri. Tämän jälkeen kysyin vielä osien hinnat. Seuraavaksi keskustelimme ohjaajani kanssa, ja päätimme yrittää parantaa laitteen tarkkuutta uudella lampulla.

Tilasin uuden kuparilampun ja siihen sopivan adapterin laitteen maahantuojalta. Lampun ikä voi tosin olla vain yksi syy laitteen huonoon tarkkuuteen. Muita syitä voivat olla esimerkiksi polttimon kunto ja laitteen optisten osien ikä. Kuitenkin uudella lampulla laitteen tarkkuus ei todennäköisesti ainakaan mene huonompaan suuntaan. Toimituksessa meni noin viikon verran aikaa. Asensin lampun laitteeseen paikoilleen, ja sitten laite oli valmis uusiin analyyseihin.

### **5.2.1 Käyttöohjeen laadinta ja käytön opastus**

Opinnäytetyöni alussa oli puhetta siitä, että laitteelle laadittaisiin jonkinlainen käyttöohje. Kysyin ohjaajaltani asiasta, ja hän sanoi, että käyttöohje olisi todella tarpeellinen. Laadin laitteelle käyttöohjeen, jossa käydään läpi kohta kohdalta laitteen käyttö. Aikuisopistolla ei ole vähään aikaan käytetty atomiabsorptiospektrometriä, joten laitteen käyttöön oli myös tarve saada opastusta. Aluksi kävimme katsomassa kaasupullon paikan, ja samalla aukaisimme kaasupullon venttiilin. Opastin laitteen käyttöä osaamallani tavalla kolmelle aikuisopiston opettajalle.

### 5.2.2 Koeajot uudella lampulla

Tilasin laitteen maahantuojaalta uuden kuparilampun ja siihen sopivan adapterin, jolla lamppu voitiin kytkeä vanhaan laitteeseen. Valmistin samanlaiset standardiliuokset kuin edellisessä kokeessa. Liuosten pitoisuudet olivat 0,5 mg/l, 1 mg/l, 3 mg/l ja 5 mg/l. Asensin lampun paikoilleen ja valitsin tutkittavan aineen eli kuparin. Tämän jälkeen asetin lampulle sopivan virran, joka oli 15 mA. Seuraavaksi katsoin, että kaasuvirtaukset ovat oikealla tasolla.

Tämän jälkeen sytytin liekin ja annoin sen tasaantua hetken. Sillä aikaa katsoin, että lamppu on lämmennyt riittävästi. Sitten aloitin analyysien tekemisen, joka alkoi standardiliuosten analysoinnilla. Syötin jokaisen standardinäytteen välissä laitteeseen tislattua vettä. Standardinäytteiden pitoisuudet olivat hyvin standardisuoralla. Tämän jälkeen aloitin näytteiden analysoinnin. Myös jokaisen näytteen välissä syötin laitteeseen tislattua vettä. Käytössäni oli samat kuparisulfaattinäytteet kuin edellisissä kokeissa. Näytteitä oli kolme kappaletta. Taulukossa 5 on esitetty näytteiden sisältämät kuparipitoisuudet.

TAULUKKO 5. Näytteiden pitoisuudet

Näyte 1	Näyte 2	Näyte 3
0,68 ppm	0,15 ppm	0,18 ppm

Ajoin näytteet vielä toiseen kertaan läpi. Tulokset olivat hyvin lähellä aikaisemman testin tuloksia.

### 5.2.3 Uusi testi AMK:n laitteella

Tein myös uudet koeajot AMK:n laitteella. Tällä kokeella voitiin arvioida uuden lampun vaikutus tuloksiin. Käytin tässä kokeessa samoja standardiliuoksia kuin kohdassa 5.4.



Myös näytteet olivat samat kuin kohdassa 5.4. Ensiksi ajoin standardinäytteet läpi ja tämän jälkeen aloitin näytteiden analysoinnin. Standardinäytteiden pitoisuudet olivat kohtalaisen hyvin standardisuoralla. Taulukossa 6 on esitetty näytteiden sisältämät kuparipitoisuudet.

TAULUKKO 6. Näytteiden pitoisuudet

Näyte 1	Näyte 2	Näyte 3
0,72 ppm	0,09 ppm	0,22 ppm

## 6 TYÖN TULOKSET

Työstä saadut tulokset olivat odotetunlaiset. Alusta asti oli selvää, että laitteiden antamissa tuloksissa on jonkin verran eroavaisuuksia. Tulosten erot johtuvat laitteiden kunnosta, johon vaikuttavat laitteiden ikä ja kulumien osien kunto. Ammattikorkeakoulun vanhaa laitetta on käytetty todella paljon, ja tämä ei voi olla vaikuttamatta saatuihin tuloksiin. Uudemmaa laitetta on käytetty huomattavasti vähemmän, ja muutenkin uuden laitteen antamat tulokset ovat luultavasti lähellä totuutta.

Aikuisopiston laitteen toisesta testistä lähtien käytin samoja standardinäytteitä kuin myöhemmissä kokeissa. Tämän avulla saatuja tuloksia voidaan verrata luotettavasti. Kuparisulfaatinäytteet pysyivät samoina kaikissa kokeissa. Uudella lampulla näytti olevan myös myönteinen vaikutus saatuihin tuloksiin, koska tulokset olivat lähempänä uudemman laitteen antamia tuloksia. Taulukossa on uuden lampun antamat tulokset. Taulukossa 7 on esitetty molempien laitteiden antamat kuparipitoisuudet.

TAULUKKO 7. Molempien laitteiden antamat kuparipitoisuudet

	Aikuisopiston laite	Ammattikorkeakoulun laite
Näyte 1	0,68 ppm	0,72 ppm
Näyte 2	0,15 ppm	0,09 ppm
Näyte 3	0,18 ppm	0,22 ppm

Taulukossa olevissa pitoisuuksissa on käytetty yksikköä ppm, joka vastaa samaa kuin mg/l. Tuloksista nähdään, että kaikki pitoisuudet ovat melko lähellä toisiaan. Suurin ero oli toisessa näytteessä, jossa tulosten ero oli 0,06 ppm. Ensimmäisessä ja kolmannessa näytteessä tulosten ero oli 0,04 ppm. Tulokset eivät mielestäni poikkea toisistaan kovinkaan paljoa, jos ottaa huomioon laitteiden ikäeron. Tekniikka on kuitenkin pysynyt molemmissa laitteissa samana.

## 7 LOPPUPÄÄTELMÄT

Työstä saadut tulokset olivat alkuhankaluuksista huolimatta varsin kelvolliset. Tietokoneen liittäminen vanhaan atomiabsorptiospektrometriin aiheutti melkoisia ongelmia opinnäytetyön alkuvaiheessa. Seuraavaksi ongelmaksi muodostui oikeanlaisen ajurin löytäminen. Ilmanvaihdon ja huuvin asennus veivät myös jonkin verran aikaa. Myös oma kesätyöni myöhästytti opinnäytetyön valmistumista. Oli erittäin järkevää, että aikuisopistolle otettiin käyttöön ammattikorkeakoulun vanha atomiabsorptiospektrometri. Tämä laite oli paljon helpompi ottaa käyttöön, koska se ei vaatinut erillistä tietokonetta laitteen ohjaukseen.

Ammattikorkeakoulun vanha laite saatiin kohtalaisen helposti käyttöön. Siihen ostettiin uusi lamppu, ja se vaikutti myönteisesti tuloksiin. Olisi melkein mahdotonta saada vanhan laitteen tulokset samalle tasolle kuin uuden laitteen. Se vaatisi laitteen täydellistä korjausta sekä huoltoa, ja tämä tulisi varmasti kalliiksi. Lisäksi ehkä suurimmaksi ongelmaksi muodostuu se, että vanhoihin laitteisiin ei ole saatavilla varaosia. Laite on jo noin 20 vuotta vanha, ja kuulemma uudempiinkin laitteisiin varaosien saaminen tuottaa ongelmia.

Kaiken kaikkiaan työstä saadut tulokset olivat toimeksiantajan mielestä hyvät. Työn lähtökohtana oli saada atomiabsorptiospektrometri käyttökuntoon. Toinen ja kalliimpi vaihtoehto olisi ollut kokonaan uuden laitteen hankinta. Ensimmäistä laitetta ei saatu toimimaan halutulla tavalla, mikä on jo käynyt ilmi aikaisemmassa tekstissä. Syytkin ovat tulleet esille. On kuitenkin hyvä, että toinen laite saatiin toimimaan ja vielä kohtalaisen hyvällä tarkkuudella. Tästä työstä voisi tehdä laajankin jatkotutkimuksen. Siinä voitaisiin tutkia laitteen tarkkuutta esimerkiksi eri alkuaineilla. Myös laitteen tarkkuuteen vaikuttavia tekijöitä voitaisiin tutkia vieläkin tarkemmin.

Olen tyytyväinen omaan kirjalliseen tuotokseeni ja ylipäätään koko työpanokseen, jonka olen työlle antanut. Opinnäytetyöprojektissani oli monenlaisia ongelmia ja hankaluuksia, mutta niistä selvittiin hyvin. Uskon, että jokaisen opinnäytetyössä on monia ongelmakohtia, sillä eihän muuten tällaisia töitä tehtäisikään. Opinnäytetyön tarkoituksenaan on yleensä ratkaista jokin ongelma ja keksiä sille järkevä ratkaisu. Lopuksi haluan kiittää

kaikkia opinnäytetyöprojektiin osallistuneita sekä erityisesti työni valvojia ammattikorkeakoulun ja aikuisopiston puolelta.

## LÄHTEET

Chemtech 2012. Analytical Instrumentation 2. Www-dokumentti. Saatavissa: <http://chemtech.org/cn/ctec2431/2431-8.htm>. Luettu 20.3.2012.

Lehtonen, P.O. & Sihvonen, M-L. 2004. Laboratorioalan analyttinen kemia. Helsinki: Opetushallitus.

Lindsjö, O. & Riekkola, M. 1976. Instrumenttialalytiikka 1. Atomiabsorptiospektrometria. Vammala.

Skoog, D.A., Holler, F.J. & Nieman, T.A. 1998. Principles of Instrumental Analysis. Fifth Edition. Florida: Harcourt College Publishers.

Willard, H.H., Merrit, L.L.Jr., Dean, J.A. & Settle, F.A.Jr. 1988. Instrumental methods of analysis. Seventh edition. Belmont: Wadsworth publishing company.